

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-174593

(43)Date of publication of application : 21.06.2002

(51)Int.Cl.

G01N 21/35  
C30B 29/06

(21)Application number : 2000-371469

(71)Applicant : MEMC JAPAN LTD

(22)Date of filing : 06.12.2000

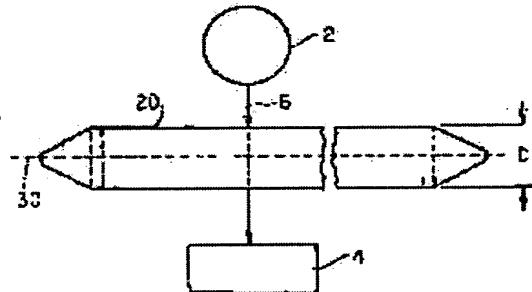
(72)Inventor : KURODA KIYOSHI  
OGAKI TAKESHI  
KOJIMA SHIN  
HAGA HIROTSUGU

## (54) METHOD FOR EVALUATING SINGLE-CRYSTAL INGOT, AND METHOD FOR CUTTING SINGLE CRYSTAL INGOT USING THE SAME

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for evaluating a single-crystal ingot, capable of accurately inferring a profile of oxygen concentration in the ingot, while leaving the ingot as it is, and dealing with a local change of the concentration, and to provide a method for cutting the ingot using the same.

SOLUTION: The method for evaluating the single-crystal ingot comprises the steps of cylindrically grinding the single-crystal ingot 20, then introducing infrared rays 6 from the lateral direction of the ingot 20, while leaving the ingot 20 as it is, and measuring the oxygen concentration in the ingot 20 from its absorption.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

## [Claim(s)]

[Claim 1] The evaluation approach of the single crystal ingot which carries out incidence of the infrared radiation from the longitudinal direction of a single crystal ingot, and is characterized by measuring the oxygen density in a single crystal ingot from the absorption with a single crystal ingot after carrying out cylindrical grinding of the single crystal ingot.

[Claim 2] The evaluation approach of the single crystal ingot according to claim 1 which measures the oxygen density in a single crystal ingot with infrared-absorption-spectrum equipment (IR) or Fourier transform infrared-absorption-spectrum equipment (FTIR).

[Claim 3] The (b) single crystal ingot state after being the cutting process of the single crystal ingot cut from a single crystal ingot to the ingot segment for slicing and carrying out cylindrical grinding of the (a) single crystal ingot, Carry out incidence of the infrared radiation from the longitudinal direction of a single crystal ingot, and an oxygen density is measured from the absorption. (c) Cutting process of the single crystal ingot characterized by cutting only the part which suits a predetermined oxygen density as an ingot segment for slicing from the data of the oxygen density obtained according to the process (b).

[Claim 4] Cutting process of the single crystal ingot according to claim 3 which measures the oxygen density in a single crystal ingot with infrared-absorption-spectrum equipment (IR) or Fourier transform infrared-absorption-spectrum equipment (FTIR).

[Claim 5] Cutting process of the single crystal ingot according to claim 3 or 4 from which a single crystal ingot is cut with cutting equipments, such as a band saw, an inner circumference cutting edge, and a peripheral cutting edge.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the cutting process of the single crystal ingot which used the evaluation approach of a single crystal ingot, and this.

[0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, the single crystal ingot of silicon carry out grinding of the periphery section of a single crystal ingot to the shape of a cylinder, before perform wafer cutting, and it consist of a crop process cut to the ingot segment of the predetermined die length which can be supply to the equipment (slicing equipment) cut in wafer thickness, such as a peripheral cutting edge and a wire saw, after cut off a part for the process to which the cylinder of a predetermined dimension be make, the top unusable as a product, and a tail part (refer to drawing 4).

[0003] In order to check an oxygen density and resistivity at the time of a crop process, the slag sample is sampled by the thickness of about 2mm. After the oxygen density performed surface treatment, such as etching, grinding, and polish, at this time, as shown in drawing 3, it had measured by the infrared absorption from [ of the slag sample 10 ] thickness. Moreover, resistivity was able to predict resistivity quite correctly from the crystal location by a segregation coefficient etc. to count.

[0004] However, the oxygen density was difficult to be easy to change and to predict correctly by fluctuation of a crystal pulling process. For this reason, when the specification of an oxygen density was severe, the slag sample needed to be sampled by quite fine frequency, and the yield aggravation by that sample cutting or effectiveness aggravation of a back process was caused. Moreover, however it might perform the sample check finely, a specification might be unable to be satisfied by fluctuation of a local oxygen density.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The place which this invention is made in view of the technical problem which such a conventional technique has, and is made into the purpose is to offer the evaluation approach of the single crystal ingot which can respond also to fluctuation of a local oxygen density while predicting correctly the profile of the oxygen density in a single crystal ingot with a single crystal ingot. Moreover, another purpose of this invention is to offer the cutting process of the single crystal ingot which can contribute to shortening of a crop process and improvement in yield, and the increase in efficiency of a production process and improvement in productivity.

[0006]

[Means for Solving the Problem] That is, according to this invention, after carrying out cylindrical grinding of the single crystal ingot, the evaluation approach of the single crystal ingot which carries out incidence of the infrared radiation from the longitudinal direction of a single crystal ingot, and is characterized by measuring the oxygen density in a single crystal ingot from the absorption is offered with a single crystal ingot. At this time, it is desirable to measure the oxygen density in a single crystal ingot in this invention with infrared-absorption-spectrum equipment (IR) or Fourier transform infrared-absorption-spectrum equipment (FTIR).

[0007] Moreover, the (b) single crystal ingot state after according to this invention being the cutting process of the single crystal ingot cut from a single crystal ingot to the ingot segment for slicing and carrying out cylindrical grinding of the (a) single crystal ingot, Carry out incidence of the infrared radiation from the longitudinal direction of a single crystal ingot, and an oxygen density is measured from the absorption. (c) The cutting process of the single crystal ingot characterized by cutting only the part which suits a predetermined oxygen density as an ingot segment for slicing from the data of the oxygen density obtained according to the process (b) is offered.

[0008] At this time, it is desirable to measure the oxygen density in a single crystal ingot in this invention with infrared-absorption-spectrum equipment (IR) or Fourier transform infrared-absorption-spectrum equipment (FTIR). Moreover, it is desirable that a single crystal ingot is cut in this invention with cutting equipments, such as a band saw, an inner circumference cutting edge, and a peripheral cutting edge.

[0009]

[Embodiment of the Invention] By this invention, if the measuring method of the single crystal ingot concerning this invention is outlined, as shown in drawing 1, after carrying out cylindrical grinding of the single crystal ingot 20, with the single crystal ingot 20, incidence of the infrared radiation 6 will be carried out from the longitudinal direction of the single crystal ingot 20, and the oxygen density in the single crystal ingot 20 will be measured from the absorption. Thereby, it not only can predict correctly the profile of the oxygen density in a single crystal ingot, but it can respond to fluctuation of a local oxygen density with a single crystal ingot.

[0010] Moreover, since only the single crystal ingot which has shortening of a crop process and improvement in yield, and an oxygen density suitable for a predetermined specification since it is not necessary to sample a slag sample can be sent to a crop process, it can contribute to the increase in efficiency of a production process, and improvement in productivity. For example, although the specification check of an ingot segment was performed by measuring the oxygen density of a slag sample in the conventional method after performing a crop process as shown in drawing 4 Since the specification check of a single crystal ingot can be carried out by measuring the oxygen density of a single crystal ingot in this invention before performing a crop process as shown in drawing 2, Only the part which suits a predetermined oxygen density at the time of a crop process can be cut as an ingot segment for slicing.

[0011] It is desirable to measure the oxygen density in a single crystal ingot in this invention with infrared-absorption-spectrum equipment (IR) or Fourier transform infrared-absorption-spectrum equipment (FTIR). At this time, as this invention shows to drawing 6, it is important to detect not at the peak of 1107cm-1 currently used by measurement of the oxygen density by infrared absorption from the former but at the peak of 1720cm-1. This is in the condition of an ingot and is because it is undetectable with surface dispersion and an active jamming peak if it is going to detect the peak of 1107cm-1. On the other hand, near the peak of 1720cm-1,

since there is no active jamming peak, it is suitably detectable also in the state of an ingot.

[0012] In addition, although it was detectable also by FTIR for the usual slag samples (wafer), since it was a very small peak, generally the peak of 1720cm<sup>-1</sup> was not used as an object for measurement detection of an oxygen density. However, in this invention, since the passage distance D of infrared radiation 6 can be earned by carrying out incidence of the infrared radiation 6 from the longitudinal direction of the single crystal ingot 20 as shown in drawing 1, a peak which is sufficient for oxygen density detection can be acquired.

[0013] Moreover, although it can measure at intervals of arbitration in the die-length direction of a crystal in this invention, it is desirable to measure at intervals of 10-50mm from relation with the measuring time. This is because an unusual oxygen density may be unable to detect if the measuring time will start too much if it measures more finely than the above-mentioned range, and spacing is made large more than the above-mentioned range.

[0014] Furthermore, if a measurement result is put in a database and it can be [ graph ] made to carry out in this invention-izing serially, while being able to judge immediately how it should cut, it is also possible to build the system which analyzes these data and directs a cutting location automatically.

[0015] In addition, in the state of a single crystal ingot, especially as measurable equipment, although not limited, QS-FRS (product made from Bio-Rad) is mentioned, for example. With a single crystal ingot, this can carry out incidence of the infrared radiation from the longitudinal direction of a single crystal ingot, and can measure the oxygen density in a single crystal ingot from the absorption, and the diameter of a single crystal ingot can apply it about the size of 150mm or less or 300mm or more.

[0016] It is important for the single crystal ingot which is a device under test that cylindrical grinding is carried out beforehand in order to control surface dispersion. In addition, the grain size at the time of cylindrical grinding is [ that there should just be 70 or more ] measurable enough at the surface state of the usual cylindrical grinding. Moreover, as for the single crystal ingot which is a device under test, even cylindrical grinding is carried out, and even if the \*\*\*\* top and a tail are attached and it has cut them off, they are not cared about. Although it is [ the degree of freedom of a next crop process being / way / large, and having measured the oxygen density in as long the condition as possible, ] effective, a peripheral device and an installation may cut to suitable die length, and you may measure.

[0017] Next, the cutting process of the single crystal ingot using the evaluation approach of a single crystal ingot is explained. After this carries out cylindrical grinding of the (a) single crystal ingot, with (b) single crystal ingot, it carries out incidence of the infrared radiation from the longitudinal direction of a single crystal ingot, measures an oxygen density from the absorption, and cuts only the part which suits a predetermined oxygen density as an ingot segment for slicing from the data of the oxygen density obtained according to the (c) process (b). At this time, it graph-izes, and judges [ an output or ] whether it has agreed in the specification of an oxygen density, and the result of the measuring point of a single crystal ingot and an oxygen density is cut to a required ingot segment.

[0018] Moreover, in this invention, while being able to perform the following slicing process more efficiently by dividing an ingot segment in consideration of the cutting process used at the following slicing process, the yield can be improved. For example, if the ingot segment cut regardless of the die length of an ingot segment since cutting time amount is almost fixed is the longest when carrying out slicing by the wire saw, it is known that productivity will become the highest.

[0019] In addition, cutting equipments, such as a band saw, an inner circumference cutting edge, and a peripheral cutting edge, can be suitably used for cutting of a single crystal ingot.

[0020]

[Example] Although this invention is further explained to a detail based on an example, this invention is not restricted to these examples.

(An example, example of a comparison) Cylindrical grinding of the 8 inch single crystal ingot pulled up was carried out, and the oxygen density was measured from the absorption intensity of 1720cm<sup>-1</sup> every 10mm by QS-FRS (product made from Bio-Rad) (example [Ingot FTIR]). Then, after creating the slag sample of 2mm thickness and performing double-sided grinding for every suitable crystal die length, the oxygen density was measured from the absorption intensity of 1107cm<sup>-1</sup> by the usual FTIR for wafer measurement (example of a comparison [Slag FTIR]).

[0021] (Consideration) In the example, as shown in drawing 5, it checked that the result measured in the example of a comparison and good coincidence were shown. Moreover, in the example of a comparison, as shown in drawing 5, although the correspondence to fluctuation of a local oxygen density was difficult, since the part whose specification of an oxygen density does not suit can be checked beforehand, by the example, it can mitigate the danger of passing the single crystal ingot which does not suit a specification at the following process. Furthermore, when an ingot with a die length of 1000mm was measured at intervals of 10mm, the example was about 2 hours and processing in a short time was possible for it compared with the example of a comparison.

[0022]

[Effect of the Invention] While predicting correctly the profile of the oxygen density in a single crystal ingot with a single crystal ingot, by the evaluation approach of the single crystal ingot of this invention, it can respond also to fluctuation of a local oxygen density, as explained above.

[0023] Moreover, it can contribute to shortening of a crop process and improvement in yield, and the increase in efficiency of a production process and improvement in productivity by using the cutting process of the single crystal ingot of this invention.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the explanatory view showing the measuring method of the oxygen density in the single crystal ingot of this invention.

[Drawing 2] It is the flow chart which shows an example of slicing pretreatment of the single crystal ingot in this invention.

[Drawing 3] It is the explanatory view showing the measuring method of the oxygen density in the conventional slag sample.

[Drawing 4] It is the flow chart which shows an example of slicing pretreatment of the single crystal ingot in the former.

[Drawing 5] It is the graph which shows the relation of the crystal die length (mm) and the oxygen density (ppma) in an example and the example of a comparison.

[Drawing 6] It is the graph which shows an ingot and the FTIR absorption spectrum of a slag.

[Description of Notations]

2 [ -- A slag sample (wafer) 20 / -- A single crystal ingot, 30 / -- Shaft. ] -- The source of infrared radiation, 4 -- An infrared detector, 6 -- Infrared radiation, 10

---

[Translation done.]

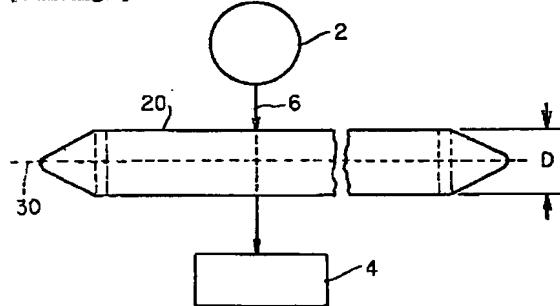
## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

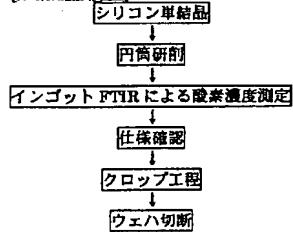
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

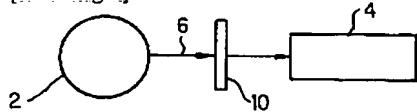
## [Drawing 1]



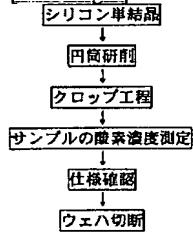
## [Drawing 2]



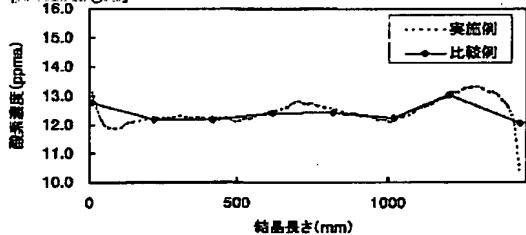
## [Drawing 3]



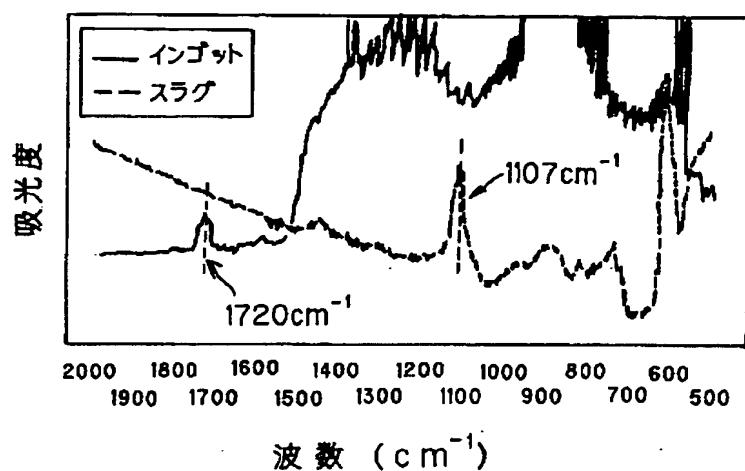
## [Drawing 4]



## [Drawing 5]



## [Drawing 6]



---

[Translation done.]

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-174593

(43)Date of publication of application : 21.06.2002

(51)Int.Cl.

G01N 21/35  
C30B 29/06

(21)Application number : 2000-371469

(71)Applicant : MEMC JAPAN LTD

(22)Date of filing : 06.12.2000

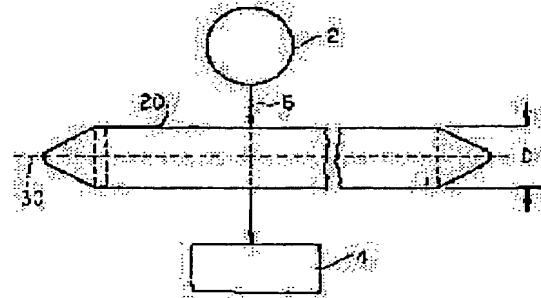
(72)Inventor : KURODA KIYOSHI  
OGAKI TAKESHI  
KOJIMA SHIN  
HAGA HIROTSUGU

## (54) METHOD FOR EVALUATING SINGLE-CRYSTAL INGOT, AND METHOD FOR CUTTING SINGLE CRYSTAL INGOT USING THE SAME

### (57)Abstract

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for evaluating a single-crystal ingot, capable of accurately inferring a profile of oxygen concentration in the ingot, while leaving the ingot as it is, and dealing with a local change of the concentration, and to provide a method for cutting the ingot using the same.

**SOLUTION:** The method for evaluating the single-crystal ingot comprises the steps of cylindrically grinding the single-crystal ingot 20, then introducing infrared rays 6 from the lateral direction of the ingot 20, while leaving the ingot 20 as it is, and measuring the oxygen concentration in the ingot 20 from its absorption.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-174593

(P2002-174593A)

(43)公開日 平成14年6月21日 (2002.6.21)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

G 0 1 N 21/35  
C 3 0 B 29/06

識別記号

F I

G 0 1 N 21/35  
C 3 0 B 29/06

テ-マコ-ト<sup>8</sup> (参考)

Z 2 G 0 5 9  
Z 4 G 0 7 7

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願2000-371469(P2000-371469)

(22)出願日 平成12年12月6日 (2000.12.6)

(71)出願人 595114023

エム・イー・エム・シー株式会社  
東京都千代田区二番町5番地5

(72)発明者 黒田 潔

栃木県宇都宮市清原工業団地11番2 工  
ム・イー・エム・シー株式会社内

(72)発明者 大柿 健

栃木県宇都宮市清原工業団地11番2 工  
ム・イー・エム・シー株式会社内

(74)代理人 100088616

弁理士 渡邊 一平 (外1名)

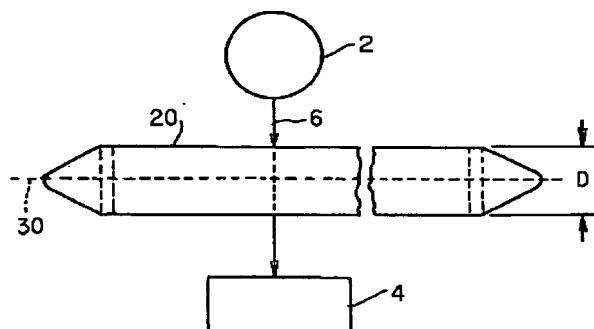
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 単結晶インゴットの評価方法及びこれを用いた単結晶インゴットの切断方法

(57)【要約】

【課題】 単結晶インゴットのまま、単結晶インゴット中の酸素濃度のプロファイルを正確に予測するとともに、局所的な酸素濃度の変動にも対応することができる単結晶インゴットの評価方法及びこれを用いた単結晶インゴットの切断方法を提供する。

【解決手段】 単結晶インゴット20を円筒研削した後、単結晶インゴット20のまま、単結晶インゴット20の横方向から赤外線6を入射し、その吸収から単結晶インゴット20中の酸素濃度を測定する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 単結晶インゴットを円筒研削した後、単結晶インゴットのまま、単結晶インゴットの横方向から赤外線を入射し、その吸収から単結晶インゴット中の酸素濃度を測定することを特徴とする単結晶インゴットの評価方法。

【請求項2】 単結晶インゴット中の酸素濃度を、赤外吸収スペクトル装置 (IR) 又はフーリエ変換赤外吸収スペクトル装置 (FTIR) で測定する請求項1に記載の単結晶インゴットの評価方法。

【請求項3】 単結晶インゴットからスライシング用のインゴットセグメントに切断する単結晶インゴットの切断方法であつて、

(a) 単結晶インゴットを円筒研削した後、

(b) 単結晶インゴットのまま、単結晶インゴットの横方向から赤外線を入射し、その吸収から酸素濃度を測定し、

(c) 工程 (b) によって得られた酸素濃度のデータから、所定の酸素濃度に適合する部分のみを、スライシング用のインゴットセグメントとして切断することを特徴とする単結晶インゴットの切断方法。

【請求項4】 単結晶インゴット中の酸素濃度を、赤外吸収スペクトル装置 (IR) 又はフーリエ変換赤外吸収スペクトル装置 (FTIR) で測定する請求項3に記載の単結晶インゴットの切断方法。

【請求項5】 単結晶インゴットが、バンドソー、内周刃、外周刃等の切断装置で切断される請求項3又は4に記載の単結晶インゴットの切断方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、単結晶インゴットの評価方法及びこれを用いた単結晶インゴットの切断方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、シリコンの単結晶インゴットは、ウエハ切断を行う前に、単結晶インゴットの外周部を円筒状に研削し、所定の寸法の円筒に仕上げる工程と、製品として使用不可能なトップ及びテール部分を切り落とした後、外周刃、ワイヤーソー等のウエハ厚さに切断する装置 (スライシング装置) に投入可能な所定の長さのインゴットセグメントに切断するクロップ工程からなっている (図4参照)。

【0003】 クロップ工程時に、酸素濃度や抵抗率を確認するため、スラグサンプルを約2mmの厚さで抜き取りを行っている。このとき、酸素濃度は、エッチング、研削、研磨等の表面処理を行った後、図3に示すように、スラグサンプル10の厚さ方向からの赤外吸収で測定していた。また、抵抗率は、偏析係数等から計算により結晶位置から抵抗率をかなり正確に予測可能であった。

【0004】 しかしながら、酸素濃度は、結晶引上げプロセスの変動により、変化しやすく、正確に予測することが困難であった。このため、酸素濃度の仕様が厳しい場合、かなり細かな頻度でスラグサンプルを抜き取る必要があり、そのサンプル切断による収率悪化あるいは後工程の効率悪化を招いていた。また、いかに細かくサンプルチェックを行っても局所的な酸素濃度の変動により仕様を満足できないことがあった。

## 【0005】

10 【発明が解決しようとする課題】 本発明は、このような従来技術の有する課題に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、単結晶インゴットのまま、単結晶インゴット中の酸素濃度のプロファイルを正確に予測するとともに、局所的な酸素濃度の変動にも対応することができる単結晶インゴットの評価方法を提供することにある。また、本発明の別の目的は、クロップ工程の短縮化及び収率の向上と、製造工程の効率化と生産性の向上に寄与することができる単結晶インゴットの切断方法を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 すなわち、本発明によれば、単結晶インゴットを円筒研削した後、単結晶インゴットのまま、単結晶インゴットの横方向から赤外線を入射し、その吸収から単結晶インゴット中の酸素濃度を測定することを特徴とする単結晶インゴットの評価方法が提供される。このとき、本発明では、単結晶インゴット中の酸素濃度を、赤外吸収スペクトル装置 (IR) 又はフーリエ変換赤外吸収スペクトル装置 (FTIR) で測定することが好ましい。

30 30 【0007】 また、本発明によれば、単結晶インゴットからスライシング用のインゴットセグメントに切断する単結晶インゴットの切断方法であつて、(a) 単結晶インゴットを円筒研削した後、(b) 単結晶インゴットのまま、単結晶インゴットの横方向から赤外線を入射し、その吸収から酸素濃度を測定し、(c) 工程 (b) によって得られた酸素濃度のデータから、所定の酸素濃度に適合する部分のみを、スライシング用のインゴットセグメントとして切断することを特徴とする単結晶インゴットの切断方法が提供される。

40 40 【0008】 このとき、本発明では、単結晶インゴット中の酸素濃度を、赤外吸収スペクトル装置 (IR) 又はフーリエ変換赤外吸収スペクトル装置 (FTIR) で測定することが好ましい。また、本発明では、単結晶インゴットが、バンドソー、内周刃、外周刃等の切断装置で切断されることが好ましい。

## 【0009】

【発明の実施の形態】 本発明に係る単結晶インゴットの測定方法を概説すると、本発明では、図1に示すように、単結晶インゴット20を円筒研削した後、単結晶インゴット20のまま、単結晶インゴット20の横方向か

ら赤外線6を入射し、その吸収から単結晶インゴット20中の酸素濃度を測定する。これにより、単結晶インゴットのまま、単結晶インゴット中の酸素濃度のプロファイルを正確に予測することができるだけでなく、局所的な酸素濃度の変動にも対応することができる。

【0010】 また、スラグサンプルを抜き取る必要がないため、クロップ工程の短縮化及び収率の向上と、所定の仕様に合う酸素濃度を有する単結晶インゴットのみをクロップ工程に送ることができるため、製造工程の効率化と生産性の向上に寄与することができる。例えば、従来法では、図4に示すように、クロップ工程を行った後、スラグサンプルの酸素濃度を測定することにより、インゴットセグメントの仕様確認を行っていたが、本発明では、図2に示すように、クロップ工程を行う前に、単結晶インゴットの酸素濃度を測定することにより、単結晶インゴットの仕様確認をすることができるため、クロップ工程時に、所定の酸素濃度に適合する部分のみを、スライシング用のインゴットセグメントとして切断することができる。

【0011】 本発明では、単結晶インゴット中の酸素濃度を、赤外吸収スペクトル装置（IR）又はフーリエ変換赤外吸収スペクトル装置（FTIR）で測定することが好ましい。このとき、本発明では、図6に示すように、従来から赤外線吸収による酸素濃度の測定で使用されている $1107\text{ cm}^{-1}$ のピークではなく、 $1720\text{ cm}^{-1}$ のピークで検出することが重要である。これは、インゴットの状態で、 $1107\text{ cm}^{-1}$ のピークを検出しようとすると、表面散乱や妨害ピークにより検出不可能であるからである。一方、 $1720\text{ cm}^{-1}$ のピーク付近には、妨害ピークがないため、インゴットの状態でも好適に検出することができる。

【0012】 尚、 $1720\text{ cm}^{-1}$ のピークは、通常のスラグサンプル（ウエハ）用のFTIRでも検出可能であるが、非常に小さいピークであるため、一般的には酸素濃度の測定検出用として用いられていなかった。しかしながら、本発明では、図1に示すように、単結晶インゴット20の横方向から赤外線6を入射することにより、赤外線6の通過距離Dをかせぐことができるため、酸素濃度検出に足りるようなピークを得ることができる。

【0013】 また、本発明では、結晶の長さ方向に任意の間隔で測定することができるが、測定時間との関係から、 $10\sim50\text{ mm}$ の間隔で測定することが好ましい。これは、上記の範囲よりも細かく測定すると、測定時間がかかりすぎてしまい、また、上記の範囲以上間隔を広くすると、異常な酸素濃度が検出できない可能性があるからである。

【0014】 更に、本発明では、測定結果をデータベース化し、逐次グラフ化できるようにしておけば、どのように切断すればよいかすぐに判断することができると

ともに、これらのデータを解析し、自動的に切断位置を指示するシステムを構築することも可能である。

【0015】 尚、単結晶インゴットの状態で、測定可能な装置としては、特に限定されないが、例えば、QS-FRS（Bi-o-Rad社製）が挙げられる。これは、単結晶インゴットのまま、単結晶インゴットの横方向から赤外線を入射し、その吸収から単結晶インゴット中の酸素濃度を測定することができ、単結晶インゴットの直径が $150\text{ mm}$ 以下あるいは $300\text{ mm}$ 以上のサイズについて適用することができる。

【0016】 被測定物である単結晶インゴットは、表面散乱を抑制するため、予め円筒研削されていることが重要である。尚、円筒研削時の粒度は $70$ 以上あればよく、通常の円筒研削の表面状態で十分測定可能である。また、被測定物である単結晶インゴットは、円筒研削さえされていればよく、トップ、テールは付いていても切り落としてあってもかまわない。なるべく長い状態で酸素濃度を測定したほうが、後のクロップ工程の自由度が大きく有効であるが、周辺装置や設置場所により適当な長さに切断して測定しても構わない。

【0017】 次に、単結晶インゴットの評価方法を用いた単結晶インゴットの切断方法について説明する。これは、（a）単結晶インゴットを円筒研削した後、（b）単結晶インゴットのまま、単結晶インゴットの横方向から赤外線を入射し、その吸収から酸素濃度を測定し、（c）工程（b）によって得られた酸素濃度のデータから、所定の酸素濃度に適合する部分のみを、スライシング用のインゴットセグメントとして切断するものである。このとき、単結晶インゴットの測定位置と酸素濃度との結果を出力あるいはグラフ化して、酸素濃度の仕様に合致しているか判断し、必要なインゴットセグメントに切断する。

【0018】 また、本発明では、次のスライシング工程で用いる切断方法等を考慮してインゴットセグメントの分割を行うことにより、次のスライシング工程をより効率良く行うことができるとともに、歩留まりを向上することができる。例えば、ワイヤーソーでスライシングする場合、インゴットセグメントの長さに関係なく、切断時間はほぼ一定であるため、切断するインゴットセグメントが最長であれば、生産性が最も高くなることが知られている。

【0019】 尚、単結晶インゴットの切断には、バンドソー、内周刃、外周刃等の切断装置を適宜用いることができる。

#### 【0020】

【実施例】 本発明を実施例に基づいて、更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限られるものではない。

（実施例、比較例）引き上げた8インチ単結晶インゴットを円筒研削し、QS-FRS（Bi-o-Rad社製）

で、10mm毎に  $1720\text{ cm}^{-1}$  の吸収強度から酸素濃度を測定した（実施例【インゴットFTIR】）。その後、適当な結晶長さ毎に、2mm厚のスラグサンプルを作成し、両面研削を行った後、通常のウエハ測定用FTIRで、 $1107\text{ cm}^{-1}$  の吸収強度から酸素濃度を測定した（比較例【スラグFTIR】）。

【0021】（考査）実施例では、図5に示すように、比較例で測定した結果と良い一致を示していることを確認した。また、図5に示すように、比較例では、局所的な酸素濃度の変動への対応が困難であったが、実施例では、酸素濃度の仕様が合っていない箇所は前もって確認できるため、仕様に合わない単結晶インゴットを、次の工程に流してしまう危険性を軽減することができる。更に、実施例は、1000mmの長さのインゴットを10mm間隔で測定した場合、2時間程度であり、比較例と比べて短時間での処理が可能であった。

#### 【0022】

【発明の効果】 以上説明した通り、本発明の単結晶インゴットの評価方法では、単結晶インゴットのまま、単結晶インゴット中の酸素濃度のプロファイルを正確に予測するとともに、局所的な酸素濃度の変動にも対応することができる。

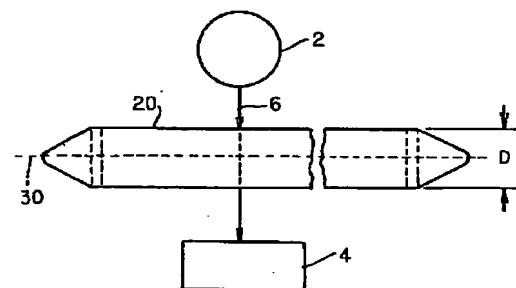
10

- \* 【0023】 また、本発明の単結晶インゴットの切断方法を用いることにより、クロップ工程の短縮化及び収率の向上と、製造工程の効率化と生産性の向上に寄与することができる。
- 【図面の簡単な説明】
- 【図1】 本発明の単結晶インゴットにおける酸素濃度の測定方法を示す説明図である。
- 【図2】 本発明における単結晶インゴットのスライシング前処理の一例を示すフローチャートである。
- 【図3】 従来のスラグサンプルにおける酸素濃度の測定方法を示す説明図である。
- 【図4】 従来における単結晶インゴットのスライシング前処理の一例を示すフローチャートである。
- 【図5】 実施例及び比較例における結晶長さ（mm）と酸素濃度（ppm）との関係を示すグラフである。
- 【図6】 インゴット及びスラグのFTIR吸収スペクトルを示すグラフである。
- 【符号の説明】

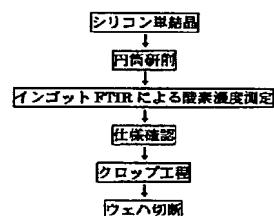
- 2…赤外線源、4…赤外線検出器、6…赤外線、10…スラグサンプル（ウエハ）、20…単結晶インゴット、30…軸。

\* 20

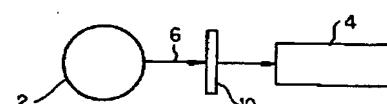
【図1】



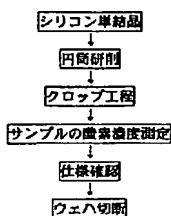
【図2】



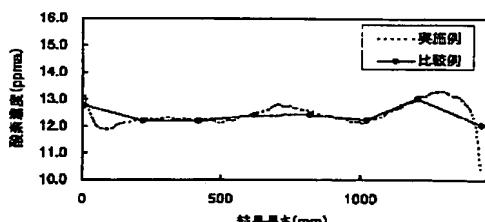
【図3】



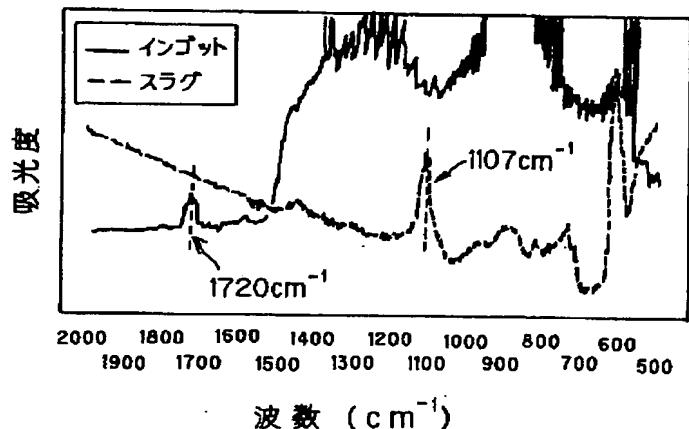
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 小島 慎

栃木県宇都宮市清原工業団地11番2 エ  
ム・イー・エム・シー株式会社内

(72)発明者 芳賀 博世

栃木県宇都宮市清原工業団地11番2 エ  
ム・イー・エム・シー株式会社内

Fターム(参考) 2G059 AA01 BB16 CC07 DD01 EE01  
EE10 EE12 HH01 JJ01  
4G077 AA02 BA04 FG13 GA01 GA06  
HA12